

set subaccount sugim38.001aus-csp  
06feb02 14:35:47 User015070 Session D7137.6

**FILE SUGIM.DOC**

**\*\*\*ENGLISH LANGUAGE ABSTRACTS FOR EP 933629, RU 2102700 AND SU 1640542\*\*\***

File 351:Derwent WPI 1963-2001/UD,UM &UP=200208

(c) 2002 Derwent Info Ltd

\*File 351: Price changes as of 1/1/02. Please see HATES 351.

More updates in 2002. Please see HELP NEWS 351.

Set Items Description

--- -----

? .exs

Executing TD857

Subaccount is set to SUGIM38.001AUS-CSP

S1	1	PN=EP 933629
S2	1	PN=RU 2102700
S3	1	PN=SU 1640542
S4	0	AN=EP 933629
S5	0	AN=RU 2102700
S6	0	AN=SU 1640542
S7	2980	AD=990804
S8	3921	AD=980120
S9	1756	AD=910704
S10	3707	PD=990804
S11	8362	PD=980120
S12	2510	PD=910704
S13	2	PN,AN=(EP 933629 OR RU 2102700 OR SU 1640542) AND AD,PD=(990804 OR 980120 OR 910704)

13/7/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

012601131 \*\*Image available\*\*

WPI Acc No: 1999-407235/\*199935\*

Interference measuring method for measuring phase difference between two  
light beams from same polarized source, applicable for refractometry

Patent Assignee: INST FRANCAIS DU PETROLE (INSF )

Inventor: BEAUDUCEL C

Number of Countries: 028 Number of Patents: 005

**Patent Family:**

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 933629	1	19990804	EP 99400099	A	19990115	199935 B
FR 2774172	A1	19990730	FR 98931	A	19980128	199937
JP 11271149	A	19991005	JP 9919923	A	19990128	199953
CA 2258361	A1	19990728	CA 2258361	A	19990126	200003
US 6239877	B1	20010529	US 99236603	A	19990126	200132

Priority Applications (No Type Date): FR 98931 A 19980128

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

EP 933629 A1 F 14 G01N-021/45

Designated States (Regional): AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT

---

LI	LT	LU	LV	MC	MK	NL	PT	RO	SE	SI
FR 2774172		A1						G01N-021/45		
JP 11271149		A			8	G01J-009/02				
CA 2258361		A1 F				G01N-021/45				
US 6239877		B1				G01B-009/02				

Abstract (Basic): \*EP 933629\* A1

NOVELTY - Method of interferential out of phase measurement of two light beams from same polarized source provides enhanced precision entails demining the frequency spectrum of signal generated from detector and measuring phase difference affecting the fundamental frequency of the frequency spectrum.

DETAILED DESCRIPTION - Fine measurements are made of the fringes of an interferential figure formed by making the two beams interfere. A sensitive photodetector captures the variation in light intensity resulting from the displacement of the interference fringes. The frequency of the spectral signal output from the detector is then determined. The method includes the measurement of the phase difference affecting the fundamental frequency of the frequency spectrum by a calculation of its complex argument. The device includes an optical unit (1) including beam splitter to generate two beams from the same source (3), a first device (5) to apply to one of the beams a relatively slow variation of its phase, a second device (6) to phase modulate one of the two beams periodically and relatively rapidly, an interferometer, a photodetector (12), a measuring unit (2) including device to determine the spectral frequency of the signals from the photodetector. The measuring unit includes device for measuring the phase variation affecting the fundamental component of this spectrum by calculating its argument.

USE - For detecting variation in composition of mixtures, mainly in preparative or analytical chromatography.

ADVANTAGE - Provides considerable improvement in precision that results from the phase measurement of two beams from the same polarized source.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing shows an arrangement for measuring the refraction index of a transparent mixture in a cell by comparison with a solid reference medium

- Optical unit (1)
- Polarized source (3)
- Beam splitter (4)
- Slow phase modulator (5)
- Rapid phase modulator, Pockels Cell (RTM) (6)
- Wollaston prisms (RTM) (7)
- Polarisation strip (8)
- Convergent lens (9)
- Photosensitive detector (12)

pp; 14 DwgNo 1/9

Derwent Class: S03

International Patent Class (Main): G01B-009/02; G01J-009/02; G01N-021/45

International Patent Class (Additional): G01N-021/21; G01N-030/74



(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 933 629 A1

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
04.08.1999 Bulletin 1999/31

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: G01N 21/45

(21) Numéro de dépôt: 99400099.0

(22) Date de dépôt: 15.01.1999

(84) Etats contractants désignés:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE  
Etats d'extension désignés:  
AL LT LV MK RO SI

(71) Demandeur: Institut Français du Pétrole  
92852 Rueil-Malmaison Cedex (FR)

(72) Inventeur: Beauducel, Claude  
60119 Henonville (FR)

(30) Priorité: 28.01.1998 FR 9800931

(54) **Méthode et dispositif de mesure interférentielle de déphasage entre deux faisceaux lumineux issus d'une même source polarisée, appliqués à la réfractométrie**

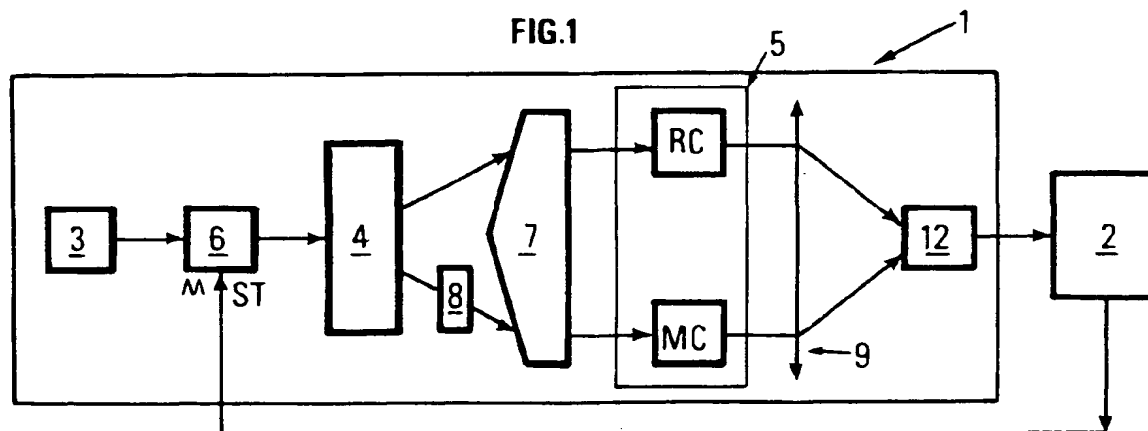
(57) -Méthode et dispositif de réfractométrie interférentielle par la mesure fine du déplacement des franges d'une figure d'interférence entre deux faisceaux lumineux dont l'un subit des variations de phase consécutives à des variations de son indice de réfraction.

- La méthode comporte l'application à l'un des deux faisceaux d'une modulation périodique relativement rapide de phase par un signal modulant. Le déplacement des franges résultant de l'application combinée des deux modulations est capté par un

photo-détecteur et un ensemble de mesure évalue la modulation lente par le biais d'une détermination du spectre de fréquence du signal issu du détecteur et la mesure du déphasage affectant la fréquence fondamentale de ce spectre de fréquence.

- Application à la détection des variations de la composition de mélanges, utilisable notamment en chromatographie analytique ou préparative.

FIG.1



EP 0 933 629 A1

## Description

[0001] La présente invention concerne une méthode et un dispositif de mesure interférentielle de déphasage entre deux faisceaux lumineux issus d'une même source polarisée par la mesure fine du déplacement des franges d'une figure d'interférence entre deux faisceaux lumineux dont l'un subit des variations de phase consécutives à des variations de son indice de réfraction, appliqué notamment à la réfractométrie.

[0002] La méthode peut être utilisée dans de nombreux domaines notamment pour déterminer par exemple les variations d'indices de réfraction concomitantes à des variations dans la composition d'un milieu étudié, relativement à un milieu de référence.

[0003] La méthode peut être utilisée notamment dans le domaine de la chromatographie liquide à haute performance dite HPLC, qu'elle soit analytique ou préparative, où l'on a besoin de connaître avec une grande précision la composition de mélanges.

## Art antérieur :

[0004] Parmi les différents types connus de réfractomètres, on peut citer par exemple ceux qui fonctionnent avec une source monochromatique dont le faisceau est divisé pour traverser parallèlement deux cuves, l'une pour un liquide de référence et l'autre pour le milieu à analyser, et des moyens ensuite pour rassembler les deux faisceaux et éclairer un photodétecteur. Des interférences se produisent du fait de la variation du chemin optique, résultant de la variation de l'indice et l'on mesure les variations d'intensité dues au déplacement des franges d'interférence.

[0005] Le brevet français FR 2 596 526 illustre un exemple de détecteur réfractométrique dans lequel chacune des cuves (de référence et de mesure) participe de façon indépendante à un système d'interférométrie, les deux cuves étant alimentées en lumière par la même source. La détection est réalisée par deux photodétecteurs indépendants qui reçoivent donc chacun une intensité lumineuse variant sinusoïdalement en fonction de la différence des indices de réfraction entre la cuve de référence ou la cuve de mesure d'une part et l'autre part. Une calibration individuelle de chacun des photomètres est donc nécessaire. Ce système optique comporte notamment un élément piézo-électrique destiné à faire vibrer un miroir sur lequel se réfléchit une partie du faisceau lumineux issu de la source.

[0006] Par le brevet FR 2 697 336, on connaît un réfractomètre du type à phase modulée dans lequel on fait interférer deux faisceaux ayant traversé respectivement une cellule de référence et une cellule contenant un milieu dont l'indice de réfraction subit des variations. Les deux faisceaux sont formés à partir d'un faisceau unique émis par un laser après traversée d'une cellule de Pockels à laquelle est appliquée une tension alternative rapide adaptée à faire osciller la figure d'interf-

rence, tel qu'un signal triangulaire (Fig.1) dont la fréquence est de l'ordre de quelques KHz et l'amplitude suffisante pour que l'on puisse obtenir un déplacement supérieur à 1,5 frange (Fig.2). Le résultat sur la figure d'interférence est la superposition d'un mouvement lent lié à la variation de composition du milieu et d'un mouvement oscillatoire plus rapide à la fréquence de la tension alternative. Les variations d'intensité consécutives aux déplacements des franges sont mesurées par un photomètre et appliquées à une électronique de conversion en signaux logiques et de mesure du décalage de phase entre le signal de commande de la cellule et les signaux d'intensité modulés par comptage au moyen d'un signal d'horloge. Quand l'indice de réfraction du milieu ne change pas, le signal de sortie du phototransistor de mesure est celui de la Fig.2.

[0007] Le système précédent élimine nombre de sources d'imprécision des systèmes antérieurs du fait que les deux faisceaux interférants sont tous les deux issus de la cellule de Pockels et qu'ils ont donc le même "passé" optique. Cependant, pour plusieurs raisons liées notamment à la méthode utilisée de mesure de décalages de temps entre des fronts de signaux, il s'avère que la précision que l'on peut obtenir (quelques %) peut être jugée insuffisante pour certaines applications, notamment dans le domaine de la chromatographie.

## Définition de l'invention :

[0008] La méthode interférentielle selon l'invention permet une amélioration considérable de la précision que l'on peut obtenir dans la mesure de déphasage entre deux faisceaux lumineux issus d'une même source polarisée, lorsque l'un des faisceaux subit une variation relativement lente de phase et un des deux faisceaux est soumis à une modulation périodique relativement rapide de phase par un signal modulant. Elle comporte la mesure fine du déplacement des franges d'une figure d'interférence formée en faisant interférer les deux faisceaux, capté par un photo-détecteur sensible à la variation d'intensité lumineuse résultant du déplacement des franges d'interférence.

[0009] La méthode est caractérisée en ce qu'elle comporte la détermination du spectre de fréquence du signal issu du détecteur et la mesure du déphasage (par un calcul de son argument complexe par exemple) affectant la fréquence fondamentale de ce spectre de fréquence.

[0010] La méthode peut être avantageusement appliquée à des opérations de réfractométrie interférentielle où la modulation lente de phase est consécutive à une variation de l'indice de réfraction d'un milieu.

[0011] Suivant un mode de mise en oeuvre, on forme le spectre de fréquence à partir d'une portion de signal issu du photo-détecteur comprise dans une fenêtre de mesure sensiblement égale (et de préférence bien égale) à au moins une période du dit signal modulant et, à cet effet, de préférence, on asservit la période du signal

modulant à la durée choisie de la fenêtre de mesure.

**[0012]** De préférence, on ajuste également l'amplitude du signal détecté par le photo-détecteur de manière que le convertisseur analogique-numérique fonctionne toujours à pleine échelle malgré les variations possibles de la transparence de la cellule contenant le milieu étudié.

**[0013]** Pour améliorer encore la précision des résultats, on peut effectuer les mesures de déphasage séparément sur des fractions distinctes du signal de modulation rapide.

**[0014]** Le dispositif selon l'invention comporte un appareil-optique comprenant des moyens pour engendrer deux faisceaux à partir d'une même source lumineuse, des moyens pour appliquer à un des deux faisceaux une variation relativement lente de phase et à l'un des deux faisceaux une modulation périodique relativement rapide de phase, des moyens pour faire interférer les deux faisceaux, et un photodétecteur pour détecter le déplacement des franges de la figure d'interférence formée à partir des deux faisceaux. Il est caractérisé en ce qu'il comporte un ensemble de détermination du spectre de fréquence du signal issu du photodétecteur et de mesure du déphasage affectant la fréquence fondamentale de ce spectre de fréquence.

**[0015]** Le dispositif selon l'invention peut être appliqué à des opérations de réfractométrie interférentielle. Le premier moyen de déphasage pour soumettre un des faisceaux à une modulation relativement lente de sa phase relativement à celle de l'autre, comporte au moins une cellule contenant un milieu dont l'indice de réfraction varie (corrélativement à des variations de sa composition par exemple), le deuxième moyen pour soumettre l'un des deux faisceaux à une modulation relativement rapide de sa phase, comporte une cellule adaptée à déphaser la lumière sous l'action d'une tension électrique périodique de modulation qui lui est appliquée, et l'ensemble électronique comporte un calculateur programmé pour effectuer une transformée de Fourier rapide (FFT) sur les signaux issus du détecteur pendant un intervalle de temps fixé et pour déterminer le déphasage affectant la composante fondamentale du spectre.

**[0016]** Le dispositif comporte de préférence un moyen pour ajuster en permanence la période de la tension électrique de modulation à la durée de l'intervalle de temps, ce moyen étant par exemple un moyen de calcul combinant les signes respectifs des phases des harmoniques et le signe de la fréquence fondamentale pour engendrer un signal de correction.

**[0017]** De préférence le dispositif comporte un moyen automatique de réglage du gain d'amplification appliqué aux signaux issus du photo-détecteur.

**[0018]** Suivant un mode particulier de réalisation, le dispositif comporte un moyen d'amplification du signal issu du photo-détecteur, un moyen d'échantillonnage et de numérisation du signal amplifié pendant un intervalle de temps d'acquisition, un générateur d'un signal de

commande périodique du deuxième moyen de déphasage, un calculateur programmé pour effectuer une transformée de Fourier rapide (FFT) sur les signaux issus du détecteur pendant un intervalle de temps et pour déterminer le dit déphasage affectant la dite composante fondamentale et pour délivrer un premier signal destiné à contrôler le gain du moyen d'amplification, et un deuxième signal destiné à asservir la période du signal produit par le dit générateur à la durée de l'intervalle de temps d'acquisition, en combinant par exemple les signes respectifs des phases des harmoniques et le signe de la fréquence fondamentale.

**[0019]** Le procédé et le dispositif selon l'invention sont avantageux car on a pu vérifier que l'erreur résiduelle dans la mesure de la variation de phase était très réduite, (réduite par un facteur de l'ordre de 20 à 30) par rapport à celle obtenue avec le dispositif précédent.

**[0020]** D'autres caractéristiques et avantages du procédé selon l'invention, apparaîtront à la lecture de la description ci-après d'un exemple non limitatif de réalisation, en se référant aux dessins annexés où :

- la Fig.1 montre un premier exemple de réalisation du dispositif dans une application à la mesure de la variation de l'indice de réfraction d'un mélange transparent dans une cellule par comparaison avec un milieu de référence stable;
- la Fig.2 montre une deuxième exemple de réalisation du dispositif dans la même application de réfractométrie;
- la Fig.3 montre schématiquement l'ensemble électronique de mesure des variations de phase affectant les signaux reçus par le photodétecteur;
- les Fig.4a, 4b montrent respectivement l'amplitude relative  $A_r$  des différentes raies  $n$  du spectre de fréquence des signaux reçus et leurs phases respectives  $\phi$  exprimées en radians dans un cas où la période de modulation rapide  $T_{SW}$  est supérieure à la durée  $T_W$  de la fenêtre de mesure de ces signaux;
- les Fig.5a, 5b montrent respectivement l'amplitude relative  $A_r$  des différentes raies  $n$  du spectre de fréquence des signaux reçus et leurs phases respectives  $\phi$  exprimées en radians dans un cas où la période de modulation rapide  $T_{SW}$  est inférieure à la durée  $T_W$  de la fenêtre de mesure de ces signaux;
- la Fig.6 montre un tableau illustratif du calcul effectué pour déterminer le sens d'ajustement de la période de modulation rapide  $T_{SW}$  et de la durée  $T_W$  de la fenêtre selon les signes respectifs  $S_F$  et  $S_H$  de la fondamentale  $F$  et des harmoniques  $H$ ;
- la Fig.7 montre la variation (corrigée en permanence) de l'écart  $\Delta t$  que l'on peut relever entre la pério-

de de modulation  $T_{SW}$  et la durée  $T_W$  de la fenêtre;

- la Fig.8 montre en fonction du temps la courbe d'ajustement du gain  $G$  du préamplificateur suite à un décalage initial de l'ordre de 20%; et
- la Fig.9 montre que l'erreur absolue en pourcentage de la largeur d'une frange  $\Delta I$ , commise avec la méthode selon l'invention, est contenue dans des limites très étroites.

#### Description :

[0021] Suivant le mode de mise en oeuvre des Fig. 1, 2, le dispositif comporte un appareil 1 de formation d'une figure d'interférence qui possède par exemple les mêmes fonctionnalités que celui décrit dans le brevet FR 2 596 526 déjà cité et que l'on va rappeler ci-après, ainsi qu'un ensemble de mesure 2 associé.

[0022] Cet appareil comprend une source 3 émettant un faisceau de lumière polarisée de préférence cohérente, des moyens de division 4 pour diviser le faisceau émis par la source en deux faisceaux, un premier moyen de modulation lente du déphasage 5, interposé sur le trajet de l'un des deux faisceaux, qui le soumet à une première modulation lente de phase, relativement à l'autre faisceau. Ce moyen 5 est constitué par exemple d'une première cellule MC contenant un mélange transparent à analyser dont l'indice de réfraction change corrélativement à des changements de sa composition, et d'une deuxième cellule RC contenant un autre mélange transparent de composition et donc d'indice de réfraction invariables. Sur le trajet de la lumière issue de la source 3, est interposé un deuxième moyen 6 de déphasage rapide de la phase d'un faisceau, tel qu'une cellule biréfringente de type Pockels par exemple, à laquelle on applique (par l'intermédiaire d'un transformateur non représenté) une tension  $V$  de modulation en dents de scie de période  $T$ .

[0023] Le moyen de séparation 4 de séparation de faisceaux est constitué par exemple d'un prisme séparateur de faisceaux 7 de type Wollaston. La cellule de Pockels 6 et le prisme séparateur 3 sont convenablement orientés l'un par rapport à l'autre et tous les deux par rapport à la direction de polarisation du faisceau issu de la source lumineuse 2, de façon que l'intensité des deux faisceaux soit sensiblement égale et que seul l'un des deux faisceaux soit affecté par la modulation rapide appliqué par la cellule 6. Un moyen est utilisé pour former une figure d'interférence des deux faisceaux issus du premier et du deuxième moyen de déphasage.

[0024] Suivant le mode de réalisation de la Fig. 1, ce moyen comporte un prisme biréfringent 7 associée à une lame de polarisation 8 adaptée à remettre les deux faisceaux dans un même plan de polarisation, et à des lentilles convergentes 9.

[0025] Suivant le mode de réalisation de la Fig. 2, le moyen pour former la figure d'interférence des deux

faisceaux comporte un miroir 10 (constitué par métallisation des faces arrières des deux cellules MC et RC), une lame semi-réfléchissante 11 disposée entre la cellule bi-réfringente 6 et le prisme de Wollaston 4, pour renvoyer les faisceaux vers la lame de polarisation 8 et permettre l'interférence des faisceaux.

[0026] Un détecteur photosensible 12 est placé en aval des lentilles 9 (Fig. 1) ou en aval de la lame semi-réfléchissante 11 et de la lame de phase 8 (Fig. 2) dans le plan de formation des franges d'interférence entre les deux faisceaux. Il détecte les variations d'intensité lumineuse résultant du déplacement des franges d'interférence concomitant à la modulation lente et le modulation rapide appliquées à l'un ou l'autre des faisceaux interférents.

[0027] Il est connecté à l'ensemble électronique de mesure 2 qui est adapté à mesurer les déphasages lents résultant de la variation lente de l'indice de réfraction du milieu à étudier dans la cellule MC et générer un signal d'asservissement du deuxième moyen de modulation 6.

[0028] Le principe de la mesure consiste essentiellement, en passant par le biais d'une transformée de Fourier rapide (FFT), à déterminer le spectre de fréquence associé au signal numérisé et à déterminer le déphasage affectant la composante principale (ou fondamentale) complexe du spectre en calculant l'argument de cette composante.

[0029] L'ensemble électronique 2 comporte un préamplificateur adaptateur 13 connecté au photo-détecteur 12. Le signal amplifié par le préamplificateur 13, est appliqué à un convertisseur analogique-numérique (ADC) 14 qui l'échantillonne et numérise les échantillons successifs prélevés avec un pas d'échantillonnage déterminé, dans une fenêtre de mesure de durée  $T$ .

[0030] Les échantillons numérisés sont mémorisés dans un microcalculateur 15 comportant par exemple un processeur de signal numérique (DSP), qui est programmé pour effectuer une transformée de Fourier rapide (FFT) à partir des données numérisées et mesurer le déphasage affectant la composante fondamentale complexe du spectre de fréquence du signal.

[0031] Comme on l'expliquera par la suite, le microcalculateur 15 produit un premier signal numérique  $S1$  qui est appliqué à un premier convertisseur numérique analogique 16 (DAC) combiné à un premier diviseur de tension 17. Le signal résultant est appliqué en contre-réaction au préamplificateur 13 sur son entrée de contrôle de gain (AGC). Le signal de sortie du photo-détecteur ayant une amplitude qui peut varier notamment en fonction de l'indice de réfraction de l'échantillon à mesurer, on peut ainsi adapter le gain appliqué aux signaux de mesure pour que le convertisseur analogique-numérique 14 fonctionne en permanence à pleine échelle.

[0032] De même, le microcalculateur produit un deuxième signal numérique  $S2$  qui est appliqué à un deuxième convertisseur numérique-analogique 17 (DAC) combiné à un deuxième diviseur de tension 19.

Le signal résultant est appliqué à une entrée de commande d'un générateur de tension en dent de scie 20 qui produit le signal  $S_T$  de modulation rapide de la cellule bi-réfringente 6 (Fig. 1, 2). Il a pour effet d'asservir en permanence la période  $T_{SW}$  de la dent de scie exactement à la durée  $T_W$  de la fenêtre d'échantillonnage du convertisseur 14.

**[0033]** L'asservissement précis est obtenu par un calcul de phase portant sur les phases respectives de la fréquence fondamentale et des harmoniques du spectre de fréquence calculé.

**[0034]** Si l'on détermine par FFT le spectre du signal de mesure issu du photo-détecteur 12 quand sa période  $T_{ST}$  est différente de la durée  $T_W$  de la fenêtre, on observe que a) l'amplitude des différentes raies varie avec l'écart (Fig. 4a, 5a d'une part) et que b) leur phase subit une brusque discontinuité quand l'écart entre elles change de sens, comme l'illustrent les Fig. 4b, 5b.

**[0035]** Quand la période  $T_{ST}$  est supérieure à la durée  $T_W$  de la fenêtre (Fig. 4b), la phase des harmoniques est de même sens que celle de la fondamentale, alors qu'elle est de sens contraire quand la période  $T_{ST}$  lui est inférieure (Fig. 5b). Une analyse des sens de phase respectifs de la fondamentale et des différents harmoniques se traduit par le tableau de la Fig. 6.

**[0036]** Le changement de signe de la phase des harmoniques se produit pour des erreurs de période très faibles, dépendant de la précision de calcul de la FFT. Par exemple, pour le cas d'une transformée FFT effectuée avec 32 points d'échantillonnage dans la fenêtre  $T_W$  avec une numérisation à 8 bits, on arrive à détecter une erreur de période relative inférieure à  $3 \cdot 10^{-4}$ .

**[0037]** Le signal  $S_1$  qui est appliqué à l'entrée de contrôle de gain (AGC) du préamplificateur 13 (Fig. 3) est calculé par le microcalculateur à partir de la valeur du module de la fondamentale, puis intégré numériquement. On voit sur la Fig. 8 l'efficacité de la correction que l'on obtient avec un écart de 20 % du gain initial par rapport au gain optimal.

**[0038]** Pour engendrer le signal de correction  $S_2$  permettant l'asservissement de la période  $T_{ST}$  de la tension en dent de scie, le microcalculateur 15 est adapté à sommer les signes des angles des harmoniques et à multiplier le résultat par le signe de l'angle de la fondamentale. Ces signes sont facilement obtenus en prenant ceux de la partie imaginaire du résultat du calcul de la FFT. Ce signal d'erreur résultant est intégré numériquement et appliqué au convertisseur 18 (Fig. 3) puis au générateur de rampe 20. On voit sur la Fig. 7 l'efficacité de l'asservissement obtenu.

**[0039]** La méthode de mesure de la variation de l'indice de réfraction due à la variation de la composition du milieu dans la cellule de mesure MC, qui est mise en oeuvre par le dispositif, améliore considérablement la précision que l'on peut obtenir, comme en témoigne la Fig. 9. On voit en effet que l'erreur de phase est de l'ordre 0,3% crête à crête en pourcentage de la largeur d'une frange, soit un gain de près de 20 dB (ce qui re-

présente un facteur de l'ordre de 30) par rapport aux résultats de la méthode antérieure, avec une variation quasi sinusoïdale de l'erreur en fonction de la phase fractionnaire.

**[0040]** On constate que le dispositif est beaucoup moins sensible aux perturbations d'origine électrique et aux distorsions du signal puisque la mesure de phase est intégrée sur toute la fenêtre de mesure.

**[0041]** Maintenir la période  $T_{ST}$  de la tension électrique de commande qui est appliquée à la cellule bi-réfringente 6 de Pockels ayant la même durée que la fenêtre  $T_W$  d'acquisition des signaux de mesure issus du photodétecteur 12, a pour effet positif de diminuer sensiblement l'amplitude de la tension de commande nécessaire et par conséquent, de diminuer les contraintes qu'elle subit.

**[0042]** Le système d'asservissement de gain permet en outre de connaître à tout moment l'amplitude du signal issu du photo-détecteur. On peut donc facilement repérer des anomalies telles que la présence d'impuretés ou de bulles et signaler ainsi une mesure peu fiable.

**[0043]** On peut encore améliorer sensiblement les résultats précédents en calculant séparément les phases fractionnaires mesurées sur les parties "montantes" et "descendantes" du signal d'excitation de la cellule 6 (Fig. 1, 2) et en en faisant la moyenne.

**[0044]** On a décrit des exemples d'application de la méthode à la réfractométrie. On ne sortirait pas du cadre de l'invention toutefois en appliquant la méthode selon l'invention de façon plus générale à la détection fine de déphasages entre des faisceaux interférents.

## Revendications

1. Méthode interférentielle de mesure de déphasage entre deux faisceaux lumineux issus d'une même source polarisée, dans laquelle un des deux faisceaux subit des variations relativement lentes de phase et un des deux faisceaux est soumis à une modulation périodique relativement rapide de phase par un signal modulant, par la mesure fine du déplacement des franges d'une figure d'interférence formée en faisant interférer les deux faisceaux, capté par un photo-détecteur sensible à la variation d'intensité lumineuse résultant du déplacement des franges d'interférence, et la détermination du spectre de fréquence du signal issu du détecteur, caractérisée en ce qu'elle comporte la mesure du déphasage affectant la fréquence fondamentale de ce spectre de fréquence par un calcul de son argument complexe.
2. Méthode selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'on forme le spectre de fréquence à partir d'une portion de signal issu du photo-détecteur comprise dans une fenêtre de mesure sensiblement égale à au moins une période du

dit signal modulant.

3. Méthode selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle comporte un asservissement de la période du signal modulant à la durée choisie de la fenêtre de mesure. 5
4. Méthode selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'on ajuste l'amplitude du signal détecté par le photo-détecteur. 10
5. Méthode selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comporte des mesures de déphasage séparément sur des fractions distinctes du signal de modulation rapide. 15
6. Dispositif de mesure de déphasage entre deux faisceaux lumineux issus d'une même source polarisée, comportant un ensemble optique (1) comprenant des moyens pour engendrer deux faisceaux à partir d'une même source lumineuse (2), un premier moyen de déphasage (5) pour appliquer à l'un des deux faisceaux une variation relativement lente de phase et deuxième moyen de déphasage (6) pour appliquer à l'un des deux faisceaux une modulation périodique relativement rapide de phase, un moyen pour faire interférer les deux faisceaux, un photo-détecteur (12) pour détecter le déplacement des franges de la figure d'interférence formée à partir des deux faisceaux, un ensemble de mesure (2) incluant des moyens pour déterminer le spectre de fréquence des signaux produits par le dit photo-détecteur, caractérisé en ce que l'ensemble de mesure (2) comporte des moyens pour mesurer la variation de phase affectant la composante fondamentale de ce spectre par un calcul de son argument complexe. 20
7. Dispositif de réfractométrie interférentielle comportant un appareil (1) de formation d'une figure d'interférence comprenant une source (3) émettant un faisceau de lumière polarisée, un moyen de division (4) pour diviser le faisceau émis par la source en deux faisceaux, un premier moyen de déphasage (5) pour soumettre l'un des deux faisceaux à une première modulation relativement lente de sa phase relativement à celle de l'autre, un deuxième moyen de déphasage (6) pour soumettre l'un des deux faisceaux à une modulation relativement rapide de sa phase par un signal modulant, un moyen pour former une figure d'interférence des deux faisceaux issus du premier et du deuxième moyen de déphasage et un photo-détecteur (12) sensible à la variation d'intensité résultant du déplacement des franges d'interférence sous l'action des modulations, et un ensemble de mesure (2) incluant des moyens pour déterminer le spectre de fréquence des signaux produits par le dit photo-détecteur, ca- 25

ractérisé en ce que l'ensemble de mesure (2) comporte des moyens pour mesurer la variation de phase affectant la composante fondamentale de ce spectre par un calcul de son argument complexe.

8. Dispositif selon la revendication 7, caractérisé en ce que le premier moyen de déphasage (5) pour soumettre un des faisceaux à une modulation relativement lente de sa phase relativement à celle de l'autre comporte au moins une cellule (MC) contenant un milieu dont l'indice de réfraction varie, le deuxième moyen (6) pour soumettre l'un des deux faisceaux à une modulation relativement rapide de sa phase comporte une cellule adaptée à déphaser la lumière sous l'action d'une tension électrique ( $S_T$ ) périodique de modulation appliquée, et l'ensemble électronique (2) comporte un calculateur (15) programmé pour effectuer une transformée de Fourier rapide (FFT) sur les signaux issus du détecteur pendant un intervalle de temps ( $T_W$ ) et pour déterminer le dit déphasage affectant la dite composante fondamentale. 30
9. Dispositif selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen pour ajuster en permanence la période ( $T_{SW}$ ) de la tension électrique de modulation à la durée du dit intervalle de temps ( $T_W$ ). 35
10. Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en ce que le moyen pour ajuster en permanence la période ( $T_{SW}$ ) de la tension électrique de modulation à la durée du dit intervalle de temps ( $T_W$ ), est un moyen de calcul combinant les signes respectifs des phases des harmoniques et le signe de la fréquence fondamentale pour engendrer un signal de correction. 40
11. Dispositif selon l'une des revendications 7 à 10, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen automatique de réglage du gain d'amplification appliqué aux signaux issus du photo-détecteur (12). 45
12. Dispositif selon l'une des revendications 7 à 11, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen (13) d'amplification du signal issu du photo-détecteur (12), un moyen (14) d'échantillonnage et de numérisation du signal amplifié pendant un intervalle de temps d'acquisition ( $T_W$ ), un générateur (20) d'un signal de commande périodique du deuxième moyen de déphasage, un calculateur (15) programmé pour effectuer une transformée de Fourier rapide (FFT) sur les signaux issus du détecteur pendant un intervalle de temps ( $T_W$ ) et pour déterminer le dit déphasage affectant la dite composante fondamentale et pour délivrer un premier signal ( $S_1$ ) destiné à contrôler le gain du moyen d'amplification (13), et un deuxième signal ( $S_2$ ) destiné à asservir la période ( $T_{SW}$ ) 50

du signal produit par le dit générateur (20) à la durée ( $T_w$ ) de l'intervalle de temps d'acquisition.

13. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que le calculateur (15) est adapté à combiner les signes respectifs des phases des harmoniques et le signe de la fréquence fondamentale pour engendrer un signal de correction. 5
14. Application de la méthode selon l'une des revendications 1 à 5, à des opérations de réfractométrie interférentielle où la modulation lente de phase est consécutive à une variation de l'indice de réfraction d'un milieu. 10

15

20

25

30

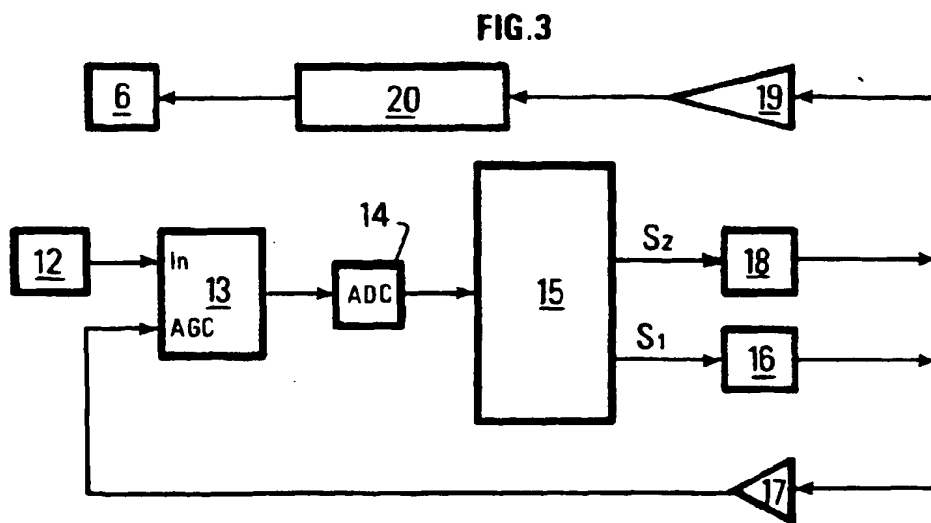
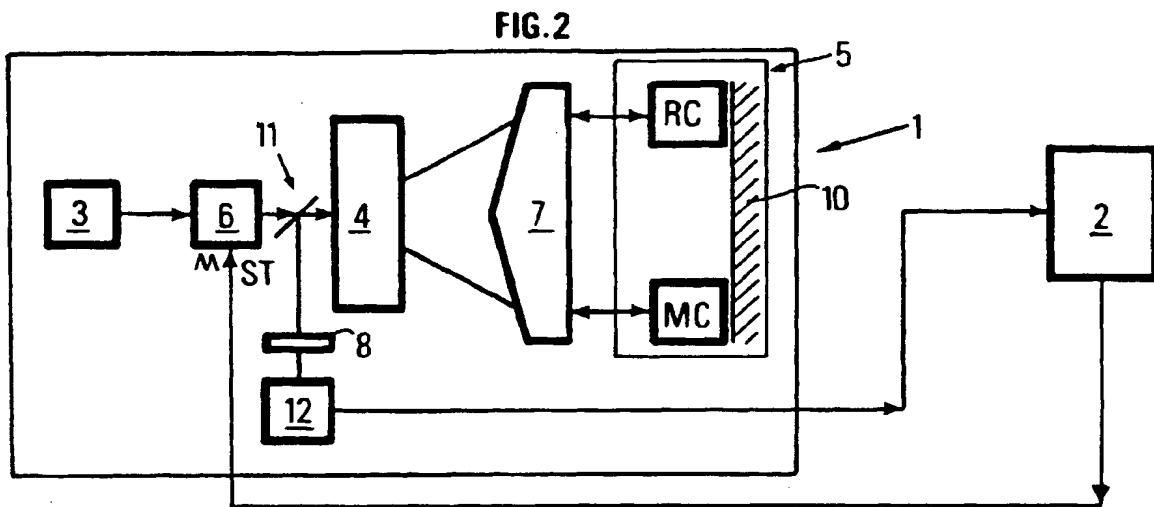
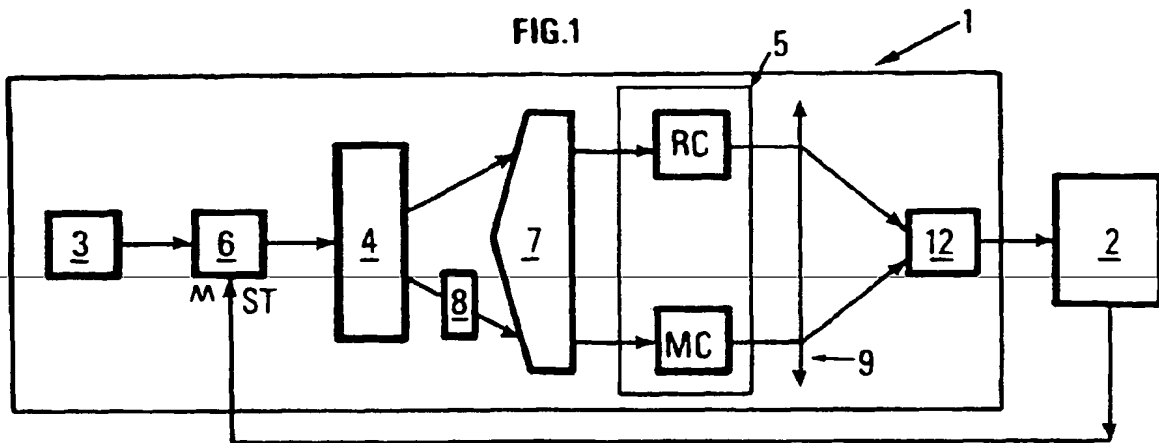
35

40

45

50

55



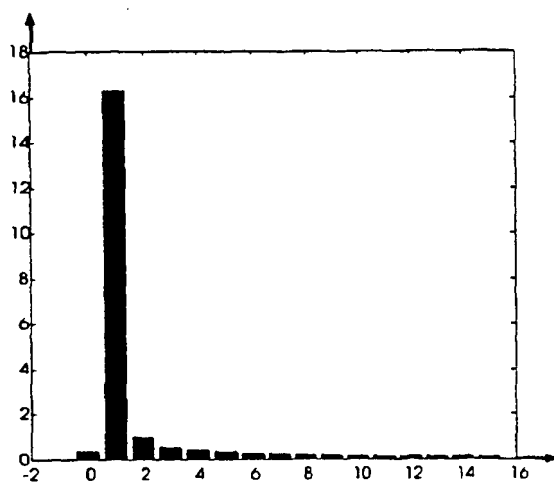


Fig. 4a

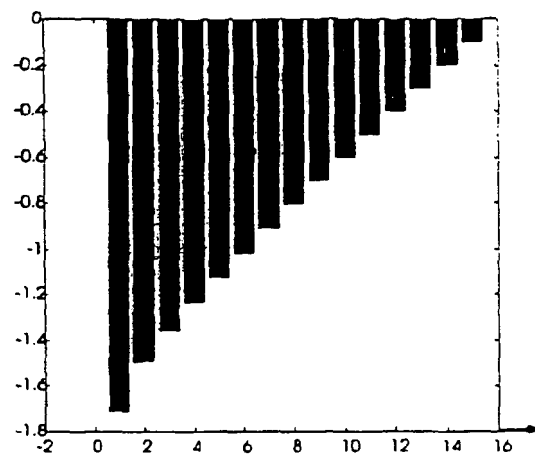


Fig. 4b

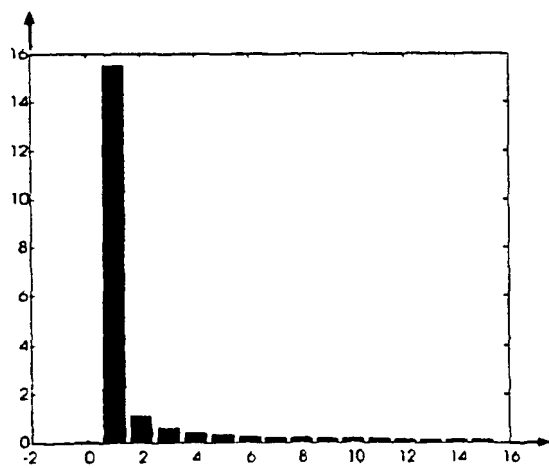


Fig. 5a

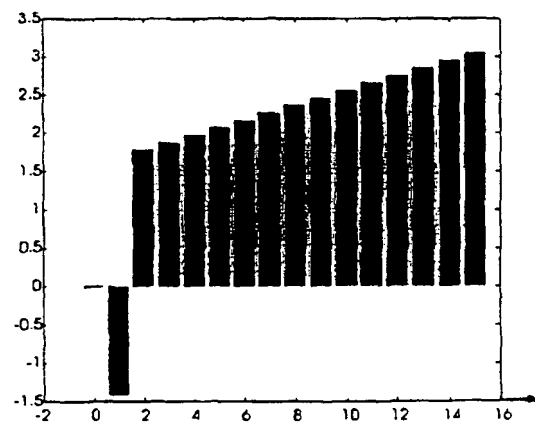


Fig. 5b

	Signe Fondamentale	Signe Harmoniques
Période > Fenêtre	+	+
	-	-
Période < Fenêtre	+	-
	-	+

Fig.6

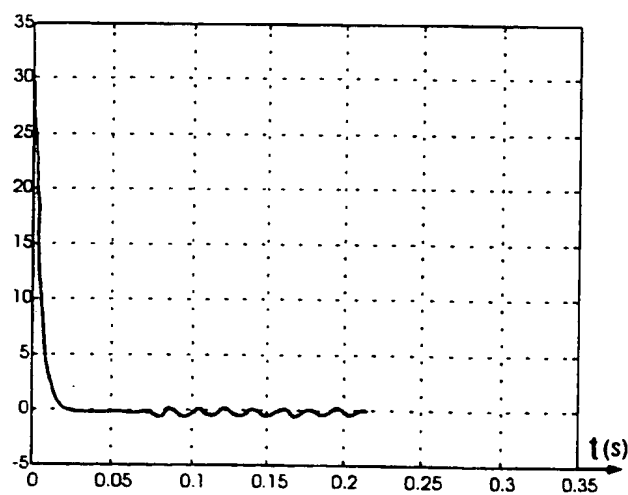
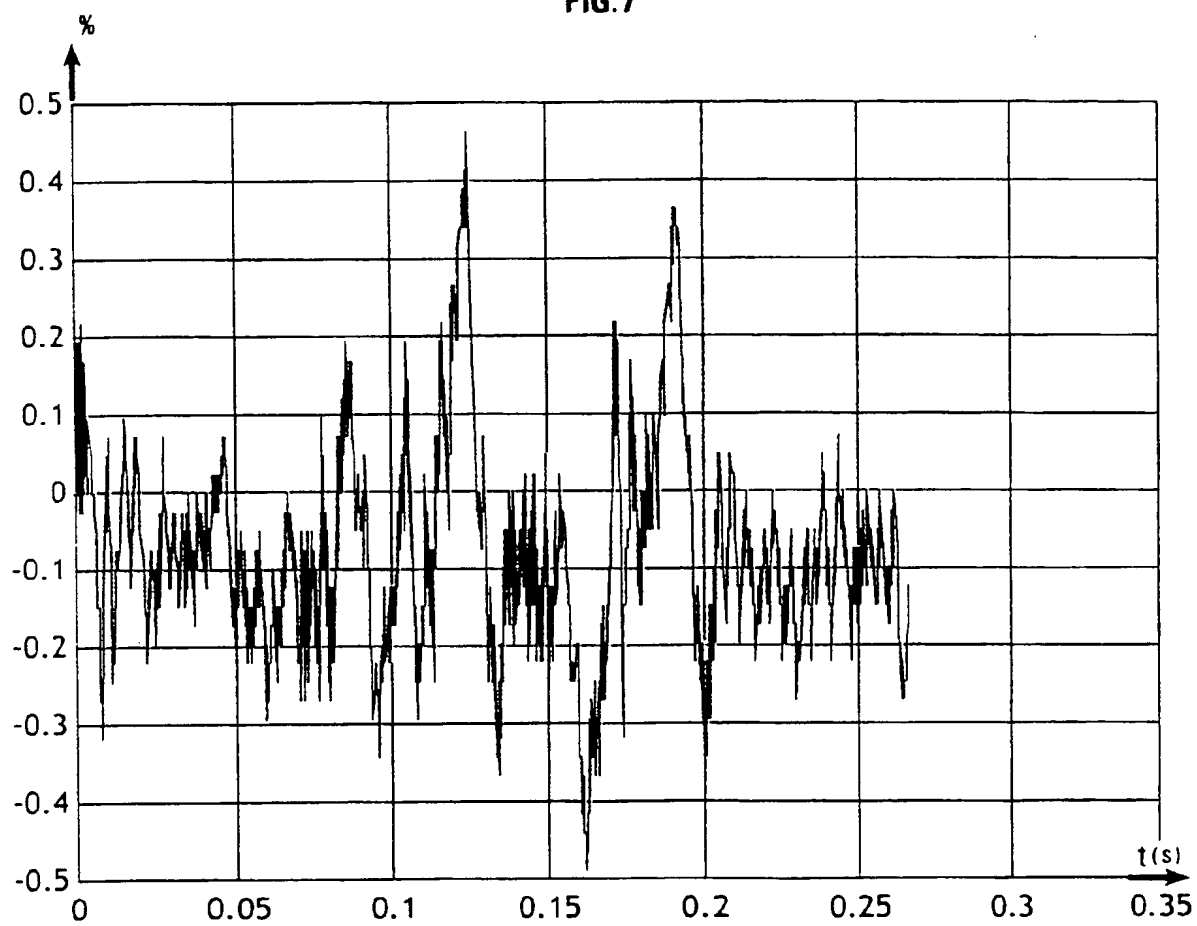


Fig.8

FIG.7



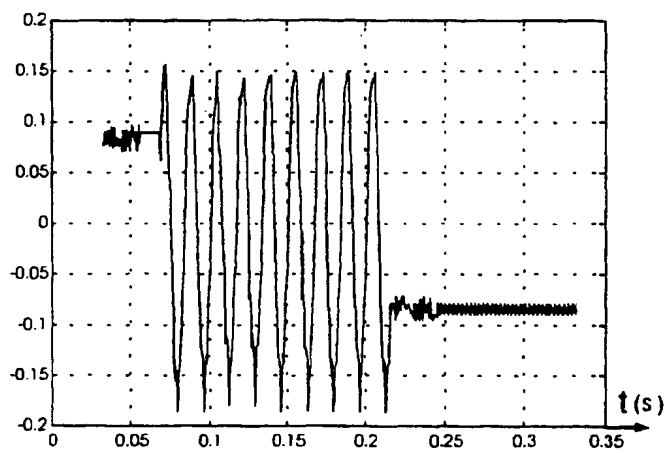


Fig.9



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 99 40 0099

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.6)
D, A	FR 2 697 336 A (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 29 avril 1994 * abrégé * * page 6, ligne 17 - ligne 20 * * page 6, ligne 33 - ligne 36 * * page 7, ligne 15 - ligne 26 * * figure 1 *	1,6-8	G01N21/45
A	WO 95 30368 A (BOEHRINGER MANNHEIM) 16 novembre 1995 * page 7, alinéa 3 * * page 8, dernier alinéa - page 9, ligne 5 * * page 10, alinéa 2 * * page 32, ligne 24 - page 35, ligne 2 * * figures 1,6,7 *	1,2,6-8, 12	
A	US 5 619 329 A (OTANI) 8 avril 1997 * colonne 1, ligne 16 - ligne 22 * * colonne 4, ligne 42 - ligne 59 * * figure 6D *	1,6,7	
A	EP 0 239 487 A (COUILLARD) 30 septembre 1987		
D	& FR 2 596 526 A		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 12 mai 1999	Examineur Thomas, R.M.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 03 82 (P4/C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 0099

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 12-05-1999.  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

12-05-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2697336 A	29-04-1994	AT 164942 T	15-04-1998
		CA 2126245 A	11-05-1994
		DE 69317874 D	14-05-1998
		DE 69317874 T	30-07-1998
		EP 0619016 A	12-10-1994
		ES 2117721 T	16-08-1998
		WO 9410552 A	11-05-1994
		JP 7503324 T	06-04-1995
		US 5483344 A	09-01-1996
WO 9530368 A	16-11-1995	DE 4415728 A	09-11-1995
		DE 4439900 A	09-05-1996
		AT 174196 T	15-12-1998
		AU 686373 B	05-02-1998
		AU 2303195 A	29-11-1995
		CA 2189047 A	16-11-1995
		DE 59504495 D	21-01-1999
		EP 0758211 A	19-02-1997
		FI 964263 A	23-10-1996
		JP 9512722 T	22-12-1997
		NO 964618 A	03-01-1997
		NZ 284432 A	24-11-1997
		US 5710630 A	20-01-1998
		ZA 9503586 A	23-01-1996
US 5619329 A	08-04-1997	JP 7306018 A	21-11-1995
		DE 19517534 A	16-11-1995
EP 0239487 A	30-09-1987	FR 2596526 A	02-10-1987
		AT 70637 T	15-01-1992
		DE 3775246 A	30-01-1992
		US 4787746 A	29-11-1988

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82